

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-102105

(43)Date of publication of application : 21.04.1998

---

(51)Int.Cl. B22F 9/08

B22F 1/00

B22F 9/04

C22C 19/03

---

(21)Application number : 08-253623

(71)Applicant : TAIHEIYO KINZOKU KK

(22)Date of filing : 25.09.1996

(72)Inventor : HIRAI MASAZUMI

NAKABAYASHI OKIE

SHIMURA TATSUHIRO

TANAKA YOSHINORI

KATOU KANEYUKI

---

(54) MANUFACTURE OF FINE METALLIC POWDER

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain fine metallic powder not exceeding a specific particle size in an excellent yield through an atomizing method by allowing molten metal to including a specified amount of S and Se and decreasing the surface tension of the molten metal.

SOLUTION: When metallic powder is manufactured from molten metal by a water atomizing method or gas atomizing method, one or two kinds of 0.03-0.30wt.% S or Se are added to the molten metal. The obtained metallic powder is, as necessary, further ground, flaked or spheroidized by stamping or milling with ball mill or others. As for the

applied molten metal, stainless steel comprising one or two and more kinds of, by weight,  $\leq 2.0\%$  C,  $\leq 5.0\%$  Si,  $\leq 2.0\%$  Mn,  $7.5\text{-}30.0\%$  Cr,  $\leq 40.0\%$  Ni,  $0.005\text{-}0.10\%$  O,  $\leq 0.30\%$  N, and further as necessary,  $\leq 5.0\%$  Mo,  $\leq 5.0\%$  Cu,  $\leq 3.0\%$  Nb,  $\leq 2.0\%$  Ti,  $\leq 0.5\%$  V, the balance Fe and inevitable impurities, and in addition a high Ni alloy, sendust alloy and other are cited.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.12.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] The manufacture approach of the metal impalpable powder characterized by making this molten metal contain one sort of 0.03 - 0.30% of S or Se, or two sorts by weight % in the approach of manufacturing metal powder, by atomizing processes, such as the water atomizing method and the gas atomizing method, from molten metal.

[Claim 2] After making this molten metal contain one sort of 0.03 - 0.30% of S or Se, or two sorts by weight % in the approach of manufacturing metal powder by atomizing processes, such as the water atomizing method and the gas atomizing method, from molten metal and manufacturing metal impalpable powder, it \*\*\*\*\*s further. (stamping) Or mealing (milling) The manufacture approach of the metal impalpable powder characterized by crushing and flake-izing, or making it spheroidize.

[Claim 3] Molten metal is C at weight % : 2.0% or less, less than [ Si:5.0% ], less than [ Mn:2.0% ], Cr:7.5-30.0%, less than [ nickel:40.0% ], O : 0.005 - 0.10%, N : It is the manufacture approach of the metal impalpable powder according to claim 1 or 2 which contains 0.30% or less and is characterized by the remainder being stainless steel molten steel which consists of Fe and an unescapable impurity component.

[Claim 4] Stainless steel molten steel is less than [ Mo:7.0% ], less than [ Cu:5.0% ], less than [ Nb:3.0% ], less than [ Ti:2.0% ], and V at weight % : The manufacture approach of the metal impalpable powder according to claim 3 characterized by containing 0.5% or less of one sort, or two sorts or more.

[Claim 5] Molten metal is less than [ Si:2.0% ], less than [ Mn:2.0% ], more than nickel:30.0%, and O at weight % : It is the manufacture approach of the metal impalpable powder according to claim 1 or 2 which contains 0.005 - 0.10% and is characterized by the melting quantity nickel alloy with which the remainder consists of Fe and an unescapable impurity component.

[Claim 6] The manufacture approach of metal impalpable powder according to claim 5

that a melting quantity nickel alloy is further characterized by containing 10% or less of one sort of Mo, Cu, and Cr, or two sorts or more by weight %.

[Claim 7] It is the manufacture approach of the metal impalpable powder according to claim 1 or 2 which molten metal contains Si:3.0-15% and aluminum:2.0-15.0% by weight %, and is characterized by the remainder being a melting Fe-Si-aluminum alloy with which it consists of Fe and an unescapable impurity.

[Claim 8] The manufacture approach of metal impalpable powder according to claim 7 that a melting Fe-Si-aluminum alloy is further characterized by containing calcium 0.001 to 0.010% by weight %.

[Claim 9] It is the manufacture approach of the metal impalpable powder according to claim 1 or 2 which molten metal contains aluminum:1.0%-10.0% by weight %, and is characterized by the melting nickel-aluminum alloy with which the remainder consists of nickel and an unescapable impurity component.

[Claim 10] The manufacture approach of the metal impalpable powder according to claim 9 characterized by a melting nickel-aluminum alloy containing calcium 0.001 to 0.010% by weight % further.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JP0 and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] By atomizing processes, such as the water atomizing method and the gas atomizing method, this invention relates to the approach of manufacturing metal impalpable powder, from molten metal.

[0002]

[Description of the Prior Art] As for the metal powder used for manufacture raw materials, such as a prepaid card and a powder metallurgy application product (a final product is called hereafter), the several microns thing is demanded recently as the quality and precision of this product, the improvement in the engine performance, and a cure against the improvement in a manufacture yield, as for mean particle diameter.

[0003] Conventionally, oxide reduction, the electrolytic decomposition process, the carbonyl process, etc. are known by the approach of manufacturing metal impalpable powder. Although each of these is suitable for manufacture of single metal powder, since the constraint on an alloy presentation is large to manufacture of alloy impalpable powder, it is hard to manufacture them, and they has a fault, like moreover a manufacturing cost becomes high.

[0004] \*\*\*\*\* on the other hand, atomizing processes (it is hereafter named the atomizing method generically), such as the water atomizing method or the gas atomizing method, are widely used for manufacture of alloy powder, and also according to attritor, a ball mill, etc. according to the need (stamping) Or mealing (milling) crushing and flake-izing -- it is spheroidizing. However, by these approaches, as for manufacture of metal impalpable powder 10 micrometers or less, the yield worsened [ mean particle diameter ], and the manufacturing cost became [ the time amount which flake-ization etc. takes ] long highly, manufacture is very difficult and there were problems, like a limitation is in fertilization.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention solves the above troubles and aims to let mean particle diameter manufacture metal impalpable powder 10 micrometers or less with a sufficient yield.

[0006]

[Means for Solving the Problem] this invention persons find out that it is stabilized with 50% or more and a sufficient yield, and the yield of metal impalpable powder with a mean particle diameter of 10 micrometers or less can be manufactured by the atomizing method, without reducing the property of a final product by carrying out suitable amount content of the elements, such as S, Se, O, etc. to which the surface tension of molten metal is reduced greatly, as a result of conducting various manufacture experiments and repeating examination, in order to solve this problem. Furthermore, in order that S which made impalpable powder contain by \*\*\*\*\* or mealing when it spheroidized, crushing and flake-izing, and, and Se and O may form detailed inclusion in metal powder and may improve friability, it finds out easily that it is stabilized and the formation of a crushing flake or the metal impalpable powder of a configuration and particle size distribution which spheroidized and was excellent can be manufactured.

[0007] That is, it is the manufacture approach of the metal impalpable powder characterized by making this molten metal contain one sort of 0.03 - 0.30% of S or Se, or two sorts by weight % (for it to be below the same) in the approach of manufacturing by atomizing processes, such as the water atomizing method and the gas atomizing method, from molten metal, and this metal impalpable powder is further characterized by crushing and flake-izing, or making it spheroidize by \*\*\*\*\* or mealing with a ball mill etc. if needed.

[0008] This molten metal C:2.0% or less, less than [ Si:5.0% ], less than [ Mn:2.0% ], Cr: 7.5-30.0%, less than [ nickel:40.0% ], O:0.005 - 0.10%, N:0.30% or less is contained, and the need is accepted. Less than [ Mo:5.0% ], Less than [ Cu:5.0% ], less than [ Nb:3.0% ], less than [ Ti:2.0% ], and V:0.5% or less of one sort or two sorts or more are contained. The stainless steel molten steel which the remainder becomes from Fe and an unescapable impurity component, and less than [ Si:2.0% ], Less than [ Mn:2.0% ], more than nickel:30.0%, and O:0.005% - 0.10% are contained. 10.0% or less of one sort of Mo, Cu, and Cr or two sorts or more are contained if needed. The melting quantity nickel alloy with which the remainder consists of Fe and an unescapable impurity component, and Si:3.0-15.0%, Contain aluminum:2.0-15.0% and calcium:0.001-0.010% is added if needed. The melting Fe-Si-aluminum alloy with which the remainder mainly consists of Fe (Sendust), And aluminum:1.0-10.0% is contained, calcium:0.001-0.010% is added if

needed, and the remainder is characterized by the melting nickel-aluminum alloy which consists of nickel and an unescapable impurity component.

[0009]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, this invention is explained to a detail. This invention is in charge of manufacturing metal impalpable powder, such as stainless steel, a high nickel alloy, the Sendust alloy, and a nickel-aluminum alloy, by the atomizing method from molten metal. One sort of the elements S and Se which reduce the surface tension of this molten metal to molten metal greatly, or two sorts are added 0.03 to 0.30%. Furthermore, O is made to contain 0.005 to 0.10% in stainless steel and a high nickel alloy. Detailed-ization of the powder size at the time of atomization is attained, detailed inclusion, such as a sulfide and an oxide, is further formed of added S, or Se and O, and the formation of crushing detailed and flake-izing, and balling-up are easily attained for this powder by \*\*\*\*\* or mealing. Here, S and Se consider as 0.30% or less in order to reduce corrosion resistance, and in order to demonstrate the effectiveness, they may be 0.03% or more. Moreover, it is more desirable not to add, when using Se as a charge of food device material.

[0010] Moreover, the reason for limitation of the amount of the alloy element which this invention alloy contains is explained below. First, about the stainless steel molten steel regulated in the 3rd term of a claim, although C is a powerful austenitizing element, little direction may be 2.0% or less from a corrosion resistance field. Although Si is an element which acts as a deoxidizer and also is effective in increasing oxidation resistance, since toughness and workability will be degraded if many [ too ], it may be 5.0% or less.

[0011] Mn is an austenitizing element and is cheaper than nickel, and if many [ too ], the oxygen content in metal powder becomes high that it is easy to oxidize during atomization, and although it can be made to contain as a permutation element of nickel, since pore generating of the final product (it is hereafter named a product generically) manufactured from this metal powder and the problem of a consistency fall occur, it may be 2.0% or less. Cr is the basic element of stainless steel and it is necessary to add it 7.5 to 30.0% a sake [ on corrosion resistance and an anti-oxidation disposition ].

[0012] nickel is effective in being a weight element, forming a stable austenite phase, and raising corrosion resistance and toughness for austenitic stainless steel. However, since it becomes expensive, it may be 40.0% or less. Although O is an element in which the surface tension of molten metal is reduced greatly and more ones are desirable like S or Se, since the problem of pore generating of a product or a consistency fall will occur if many [ too ], it may be 0.005 - 0.10%. Although N has effectiveness, such as a proof

stress rise and austenite stabilization, it may be 0.30% or less for pore prevention of a product or consistency fall prevention.

[0013] To the stainless steel which uses the above-mentioned presentation as a basic chemical entity, one sort of Mo, Cu, Nb, and Ti or two sorts or more can be added if needed as an improvement component in a property of these stainless steel, such as corrosion resistance, anti-oxidation, and improvement in on the strength. Although it has the effectiveness of strengthening a passive state coat and raising corrosion resistance, since it is expensive, Mo may be 7.0% or less, while becoming conversely harmful, if it adds so much. Although Cu is an austenite stabilization element and corrosion resistance is improved, if many [ too ], since it is harmful, it may be 5.0% or less. Moreover, Nb, Ti, and V can improve corrosion resistance, reinforcement, etc. by carrying out optimum dose addition. Ti makes, and when adding, in consideration of a property and cost, V makes Nb 0.5% or less 2.0% or less 3.0% or less.

[0014] Next, about the reason for limitation of the alloy element, although the melting quantity nickel alloy regulated in the 4th term of a claim is used for electronic-parts ingredients, such as umber material and a permalloy, etc. and a low-fever expansion characteristic and magnetic properties are required, although Si is an indispensable element as a deoxidizer, if many [ too ], in order to worsen magnetic properties, it may be 2.0% or less. Although Mn is effective as a deoxidation element, if many [ too ], the oxygen content in metal powder will become high that it is easy to oxidize during atomization, and since pore generating of the final product (it is hereafter named a product generically) manufactured from this metal powder and the problem of a consistency fall occur, it may be 2.0% or less.

[0015] Although nickel is an important element which influences a heat expansion characteristic and magnetic properties greatly, at less than 30.0%, necessary magnetic properties are not acquired as a high permeability magnetism alloy, but it is made into 30.0% or more. Although O is an element in which the surface tension of molten metal is reduced greatly and more ones are good like S or Se, since the problem of pore generating of a product or a consistency fall will occur if many [ too ], it may be 0.005 - 0.10%.

[0016] To the above-mentioned chemical entity, it can add if needed by using one sort of Mo, Cu, and Cr, or two sorts or more as the improvement component in physical characteristics, such as magnetic properties. Mo controls generation of nickel and Fe superlattice in a nickel-Fe alloy 75.0 to 82.0%, and has the operation which raises direct-current permeability. However, if many [ too ], this property is reduced conversely, and since it is expensive, it may be 10.0% or less.



[0017] Cu has the operation which raises the effective permeability, without reducing the direct-current permeability of a nickel-Fe alloy 75.0% to 82.0%. However, since this property will be conversely reduced if many [ too ], it may be 10.0% or less. Although it can add as an element which improves the glass-sealing nature which is a property required as electronic-parts material, it may be 10.0% or less in order to spoil a heat expansion characteristic, if there is too much Cr.

[0018] Moreover, the Fe-Si-aluminum alloy (Sendust) of the 5th term of a claim has permeability and high flux density, and it has the magnetic properties which were excellent as wear-resistant soft magnetic materials. As the reason for alloy-content limitation, if it exceeds 15.0%, at less than 3.0%, a problem arises in corrosion resistance, and it becomes very weak, and since the outstanding magnetic properties become less practical, Si will make them 3.0% - 15.0%, while they will fall remarkably, if it exceeds less than 3.0% and 15.0% with a peak of 9.6% of contents. At less than 2.0%, if abrasion resistance is not enough and exceeds 15.0%, it becomes very weak, and since the outstanding magnetic properties become less practical, aluminum will make them 2.0% - 15.0%, while falling remarkably, if it exceeds less than 2.0% and 15.0% with a peak of 6.0% of contents.

[0019] Although the remainder is mainly Fe, 6% or less of one sort of Cr, Nb, Mo, and Cu or two sorts or more, and less than [ Mn:1.0% ] can be added if needed for an improvement of corrosion resistance, magnetic properties, workability, and other properties. Moreover, when making molten metal flow out of a ladle and manufacturing metal impalpable powder by the atomizing method, in order to prevent the lock out by the alumina inclusion which an outflow nozzle suspends in molten metal, calcium can be added, but at less than 0.001%, when the reason for having made calcium into 0.001 - 0.010% does not have the effectiveness and it exceeds 0.010%, it is because oxidation becomes it is intense, and there is much CaO system inclusion, and harmful.

[0020] The nickel-aluminum alloy of the 6th term of a claim attracts attention as a fuel cell ingredient of next-generation energy. Since nickel is used as a catalyst of a cell reaction about the reason for alloy-content limitation, pure nickel is desirable, but since the reinforcement in an elevated temperature is also required as an electrode construct, it considers as the alloy which made strengthening elements, such as aluminum, contain. aluminum is an element which raises high temperature strength, and in order to obtain sufficient reinforcement, it is required 1.0% or more. Moreover, if it exceeds 10.0%, since a catalysis will fall, let 10.0% be an upper limit.

[0021] Moreover, in order to prevent lock out of a ladle nozzle at the time of manufacture of the metal powder by atomization, calcium can be added, but at less than

0.001%, when the reason for having made calcium into 0.001 - 0.010% does not have the effectiveness and it exceeds 0.010%, it is because oxidation becomes it is intense, and there is much CaO system inclusion, and harmful. The above-mentioned trouble was solved in this way, and it enabled the manufacture yield with a mean particle diameter of 10 micrometers or less to stabilize for them and manufacture 50% or more and the good outstanding metal impalpable powder.

[0022]

[Example] Next, the example of this invention is explained. The bottom component of a ladle which used and ingoted a RF atmospheric-air fusion furnace or 30ton AOD furnaces is shown in Table 1, and it is 1000kg/cm<sup>2</sup> to Table 2. Yield with a mean particle diameter of 10 micrometers or less which might be classified by the air separator in the metal powder manufactured by the water atomizing method using high-pressure water from the molten metal temperature whose degree of superheat from the liquidus-line temperature of this metal is 50-150 degrees C is shown. Moreover, Table 3 shows the result of having flake-sized further this impalpable powder made by the atomizing method in the shape of a piece of phosphorus with attritor ball-milling equipment. Table 1 -- setting -- examples 1-11 -- the example of this invention -- it is -- examples 1-3 -- in claim 3 and examples 4-6, claim 6 and an example 10 show claim 7, and, as for claim 4 and an example 9, an example 11 shows claim 9, as for claim 5 and an example 8. moreover, the examples 1 and 2 of a comparison -- examples 1 and 2 -- correspondence and the example 3 of a comparison -- an example 4 -- correspondence and the example 4 of a comparison -- an example 5 -- correspondence and the examples 5 and 6 of a comparison -- examples 7 and 8 -- in correspondence and the example 7 of a comparison, correspondence and the example 8 of a comparison correspond to an example 10, and correspondence and the example 9 of a comparison correspond to an example 9 at an example 11.

[0023] By this invention method, compared with the conventional method, the yield of the detailed powder not more than mean-particle-diameter phi10micrometer was high, it became more detailed by short-time processing more, and the flake-like impalpable powder of 10-20 was obtained for the aspect ratio (particle size/thickness), KUREKU processing also of the flake size after the mealing processing by subsequent attritor with high effectiveness was attained, and the good product with a large specific surface area was obtained.

[0024]

[Table 1]

鋼No	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Nb	Ti	Al	O	N
実施例 1	0.03	0.88	0.14	0.018	0.076	12.6	0.40	-	-	-	-	-	0.021	0.021
" 2	0.03	0.86	0.60	0.012	0.136	19.0	10.3	-	-	-	-	-	0.027	0.055
" 3	0.03	0.85	0.14	0.015	0.002	19.1	10.2	-	-	-	*1)	-	0.025	0.050
" 4	0.02	0.84	0.07	0.028	0.070	18.9	14.4	-	3.19	-	-	-	0.019	0.025
" 5	0.04	0.78	0.12	0.022	0.068	15.8	4.38	3.32	-	0.33	-	-	0.012	0.014
" 6	0.03	0.75	0.11	0.019	0.059	15.8	4.35	3.43	-	-	0.30	-	0.009	0.013
" 7	0.002	0.19	0.01	0.003	0.087	0.06	47.5	-	-	-	-	-	0.018	0.003
" 8	0.005	1.09	0.19	0.002	0.082	0.02	77.9	-	1.00	-	-	-	0.006	0.001
" 9	0.002	0.007	0.002	0.001	0.058	-	99.9	-	-	-	-	-	0.056	0.001
" 10	0.009	8.59	0.11	0.006	0.082	-	-	-	-	-	-	5.76	0.001	0.001
" 11	0.001	0.001	0.001	0.002	0.073	0.002	97.0	-	-	-	-	2.99	0.002	0.001
比較例 1	0.02	0.80	0.11	0.022	0.005	12.4	0.28	-	-	-	-	-	0.007	0.029
" 2	0.02	0.85	0.17	0.022	0.001	19.1	10.6	-	-	-	-	-	0.011	0.021
" 3	0.02	0.84	0.07	0.026	0.006	18.9	14.4	-	3.18	-	-	-	0.010	0.024
" 4	0.04	0.76	0.20	0.020	0.001	16.5	4.01	3.97	-	0.30	-	-	0.021	0.025
" 5	0.005	0.22	0.02	0.004	0.002	0.03	47.2	-	-	-	-	-	0.010	0.001
" 6	0.009	1.07	0.16	0.001	0.001	0.08	77.9	-	1.00	-	-	-	0.002	0.001
" 7	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	-	99.8	-	-	-	-	-	0.010	0.001
" 8	0.006	8.65	0.12	0.005	0.002	-	-	-	-	-	-	5.70	0.001	0.001
" 9	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	97.0	-	-	-	-	3.01	0.003	0.001

註\*1): S e 0.082%

[0025]

[Table 2]

	成分系	平均粒径 $\phi$ 10 $\mu$ m収率
実施例 1	SUS410L	7 4 %
実施例 2	SUS304L	8 3 %
実施例 3	SUS304L	7 6 %
実施例 4	SUS317L	7 3 %
実施例 5	SUS630	7 7 %
実施例 6	SUS630	7 4 %
実施例 7	PCバ-マロイ	9 2 %
実施例 8	PBバ-マロイ	8 8 %
実施例 9	純 N i	8 6 %
実施例 10	セングスト	7 5 %
実施例 11	Ni-Al合金	8 0 %
比較例 1	SUS410L	4 4 %
比較例 2	SUS304L	4 5 %
比較例 3	SUS317L	4 8 %
比較例 4	SUS630	4 6 %
比較例 5	PCバ-マロイ	5 4 %
比較例 6	PBバ-マロイ	5 3 %
比較例 7	純 N i	5 7 %
比較例 8	セングスト	4 9 %
比較例 9	Ni-Al合金	4 3 %

[0026]

[Table 3]

	成分系	比表面積	処理時間(h)
実施例 1	SUS410L	2.98㎡/g	17
実施例 2	SUS304L	2.72㎡/g	16
実施例 4	SUS317L	2.54㎡/g	13
実施例 7	PCバ-マロイ	2.92㎡/g	15
実施例 10	センダスト	2.52㎡/g	11
比較例 1	SUS410L	2.25㎡/g	21
比較例 2	SUS304L	2.20㎡/g	22
比較例 3	SUS317L	2.15㎡/g	22
比較例 5	PCバ-マロイ	2.21㎡/g	20
比較例 8	センダスト	2.35㎡/g	17

[0027]

[Effect of the Invention] Since the metal impalpable powder manufactured according to this invention is stabilized economically and impalpable powder with a mean particle diameter of 10 micrometers or less is obtained, the effectiveness done on industry is very large.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-102105

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月21日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I
B 2 2 F 9/08		B 2 2 F 9/08 A
1/00		1/00 A
9/04		9/04 Z
C 2 2 C 19/03		C 2 2 C 19/03 E

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平8-253623	(71) 出願人	000207735 大太平洋金属株式会社 東京都千代田区大手町 1 丁目 6 番 1 号
(22) 出願日	平成 8 年 (1996) 9 月 25 日	(72) 発明者	平居 正純 青森県八戸市河原木遠山新田 (番地なし) 大太平洋金属株式会社八戸製造所内
		(72) 発明者	中林 興榮 青森県八戸市河原木遠山新田 (番地なし) 大太平洋金属株式会社八戸製造所内
		(72) 発明者	志村 辰裕 青森県八戸市河原木遠山新田 (番地なし) 大太平洋金属株式会社八戸製造所内
		(74) 代理人	弁理士 田村 弘明

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属微粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、金属微粉末の製造において、平均粒径の  $10 \mu\text{m}$  以下の微粉末を歩留良く製造する方法を提供するものである。

【解決手段】 熔融金属から噴霧法によって金属微粉末を製造する方法において、熔融金属の表面張力を低減させるとともに、微細な介在物生成元素である S や Se を添加することを特徴とした製造方法である。

【効果】 本発明によれば、経済的に歩留良く安定して  $10 \mu\text{m}$  以下の金属微粉末が得られるので、産業上に及ぼす効果は極めて大きい。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 溶融金属から水アトマイズ法やガスアトマイズ法などの噴霧法によって金属粉末を製造する方法において、該溶融金属に重量%で0.03～0.30%のSまたはSeの1種または2種を含有させることを特徴とする金属微粉末の製造方法。

【請求項2】 溶融金属から水アトマイズ法やガスアトマイズ法などの噴霧法によって金属粉末を製造する方法において、該溶融金属に重量%で0.03～0.30%のSまたはSeの1種または2種を含有させて金属微粉末を製造した後に、さらに、スタンピング (stamping)、またはミールリング (milling)によって、破碎・フレーク化または球状化させることを特徴とする金属微粉末の製造方法。

【請求項3】 溶融金属が重量%で、

C : 2.0%以下、

Si : 5.0%以下、

Mn : 2.0%以下、

Cr : 7.5～30.0%、

Ni : 40.0%以下、

O : 0.005～0.10%、

N : 0.30%以下

を含有し、残部はFeおよび不可避不純物成分からなるステンレス溶鋼であることを特徴とする請求項1または2に記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項4】 ステンレス溶鋼が、重量%で、

Mo : 7.0%以下、

Cu : 5.0%以下、

Nb : 3.0%以下、

Ti : 2.0%以下、

V : 0.5%以下

の1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項3記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項5】 溶融金属が重量%で、

Si : 2.0%以下、

Mn : 2.0%以下、

Ni : 30.0%以上、

O : 0.005～0.10%、

を含有し、残部はFeおよび不可避不純物成分からなる溶融高Ni合金を特徴とする請求項1または2記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項6】 溶融高Ni合金がさらに重量%で、10%以下のMo、Cu、Crの1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項5記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項7】 溶融金属が重量%で、Si : 3.0～15%、Al : 2.0～15.0%を含有し、残部はFeおよび不可避不純物からなる溶融Fe-Si-Al合金であることを特徴とする請求項1または2記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項8】 溶融Fe-Si-Al合金が、さらに重量%で、Caを0.001～0.010%含有することを特徴とする請求項7記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項9】 溶融金属が重量%で、Al : 1.0%～10.0%を含有し、残部はNiおよび不可避不純物成分からなる溶融Ni-Al合金を特徴とする請求項1または2記載の金属微粉末の製造方法。

【請求項10】 溶融Ni-Al合金がさらに重量%でCaを0.001～0.010%含有することを特徴とする請求項9記載の金属微粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は溶融金属から水アトマイズ法やガスアトマイズ法などの噴霧法によって、金属微粉末を製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 プリペイドカードや粉末冶金応用製品 (以下、最終製品と称する) などの製造原料に使用される金属粉末は、最近、該製品の品質・精度や性能向上および製造歩留向上対策として、平均粒径は数ミクロンのものが要望されている。

【0003】 従来、金属微粉末を製造する方法には、酸化物還元法、電解法、カルボニル法などが知られている。これらはいずれも単一金属粉末の製造には適しているが、合金微粉末の製造には合金組成上の制約が大きいため製造しがたく、しかも製造コストが高くなるなどの欠点がある。

【0004】 一方、合金粉末の製造には水アトマイズ法またはガスアトマイズ法などの噴霧法 (以下、アトマイズ法と総称する) が広く実用され、またさらに、必要に応じて、アトライターやボールミルなどによるスタンピング (stamping)、またはミールリング (milling)によって、破碎・フレーク化や球状化されている。しかし、これらの方法では、平均粒径が10μm以下の金属微粉末の製造は歩留が悪く、またフレーク化などに要する時間が長く製造コストが高くなり、製造が非常に困難であり、かつ量産化に限界があるなどの問題があった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記のような問題点を解決し、平均粒径が10μm以下の金属微粉末を、歩留良く製造することを目的とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、この問題を解決するために、種々の製造実験を行い、検討を重ねた結果、溶融金属の表面張力を大きく低下させるS、Se、Oなどの元素を適量含有させることによって、最終製品の特性を低下させることなく、アトマイズ法によって、平均粒径10μm以下の金属微粉末の収率を50%以上と歩留良く安定して製造することができることを見出したものである。またさらに、微粉末をスタンビ

ングまたはミールングによって、破碎・フレーク化や球状化した場合、含有させたSやSeおよびOが金属粉末内に微細な介在物を形成し、破碎性を改善するため、容易に破碎フレーク化または球状化され、優れた形状・粒度分布の金属微粉末を安定して製造できることを見出したものである。

【0007】すなわち、熔融金属から水アトマイズ法やガスアトマイズ法などの噴霧法によって製造する方法において、該熔融金属に重量%（以下同じ）で0.03～0.30%のSまたはSeの1種または2種を含有させることを特徴とする金属微粉末の製造方法であり、該金属微粉末を必要に応じて、ボールミルなどによってスタンピングまたはミールングによって、さらに、破碎・フレーク化または球状化させることを特徴とする。

【0008】該熔融金属は、C：2.0%以下、Si：5.0%以下、Mn：2.0%以下、Cr：7.5～30.0%、Ni：40.0%以下、O：0.005～0.10%、N：0.30%以下を含有し、必要に応じて、Mo：5.0%以下、Cu：5.0%以下、Nb：3.0%以下、Ti：2.0%以下、V：0.5%以下の1種または2種以上を含有し、残部はFeおよび不可避不純物成分からなるステンレス溶鋼、およびSi：2.0%以下、Mn：2.0%以下、Ni：30.0%以上、O：0.005%～0.10%を含有し、必要に応じて、10.0%以下のMo、Cu、Crの1種または2種以上を含有し、残部はFeおよび不可避不純物成分からなる溶融高Ni合金、またSi：3.0～15.0%、Al：2.0～15.0%を含有し、必要に応じて、Ca：0.001～0.010%を添加し、残部は主としてFeからなる溶融Fe-Si-Al合金（センダスト）、およびAl：1.0～10.0%を含有し、必要に応じて、Ca：0.001～0.010%を添加し、残部はNiおよび不可避不純物成分からなる溶融Ni-Al合金を特徴とするものである。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明は、ステンレス鋼、高Ni合金、センダスト合金、Ni-Al合金などの金属微粉末を熔融金属からアトマイズ法によって製造するに当たって、熔融金属に該熔融金属の表面張力を大きく低下させる元素S、Seの1種または2種を0.03～0.30%添加し、更にステンレス鋼および高ニッケル合金においてはOを0.005～0.10%含有させ、アトマイズ時の粉末サイズの微細化を図るものであり、さらに、添加したSやSeおよびOによって硫化物や酸化物などの微細な介在物が形成され、該粉末をスタンピング、またはミールングによって、容易に破碎微細化・フレーク化や球状化を図るものである。ここで、S、Seは耐食性を低下させるため、0.30%以下とし、その効果を発揮するためには0.03%以上とする。また、Seは食品機器用材料と

して用いる場合には添加しない方が好ましい。

【0010】また、本発明合金が含有する合金元素の量の限定理由は以下に説明する。まず、請求項第3項に規制したステンレス溶鋼については、Cは強力なオーステナイト化元素であるが、耐食性の面から少ない方が良く2.0%以下とする。Siは脱酸剤として作用する元素であるほか、耐酸化性を増大するのに有効であるが、多すぎると靱性、加工性を劣化させるので5.0%以下とする。

【0011】Mnはオーステナイト化元素であり、Niより安価でNiの置換元素として含有させることができるが、多すぎるとアトマイズ中に酸化されやすく金属粉末中の酸素含有量が高くなり、該金属粉末から製造した最終製品（以下、製品と総称する）の気孔発生、密度低下の問題が発生するため2.0%以下とする。Crはステンレス鋼の基本元素であり、耐食性および耐酸化性向上のために7.5～30.0%添加する必要がある。

【0012】Niはオーステナイト系ステンレス鋼にとって重量な元素で、安定なオーステナイト相を形成し、耐食性および靱性を向上させるのに有効である。しかし、高価になるので40.0%以下とする。OはSやSeと同様に、熔融金属の表面張力を大きく低下させる元素であり、多い方が好ましいが、多すぎると製品の気孔発生や密度低下の問題が発生するため0.005～0.10%とする。Nは耐力上昇およびオーステナイト安定化などの効果があるが、製品の気孔防止や密度低下防止のため0.30%以下とする。

【0013】上記組成を基本化学成分とするステンレス鋼にはMo、Cu、NbおよびTiの1種または2種以上を耐食性、耐酸化、強度向上など該ステンレス鋼の特性向上成分として、必要に応じて添加することができる。Moは不動態皮膜を強化して耐食性を向上させる効果を有するが、多量に添加すると逆に有害となるとともに高価なため、7.0%以下とする。Cuはオーステナイト安定化元素であり、耐食性を改善するが、多すぎると有害なため5.0%以下とする。また、Nb、Ti、Vは適量添加することにより、耐食性および強度などを改善することができる。添加する場合は特性とコストを考慮して、Nbは3.0%以下、Tiは2.0%以下、Vは0.5%以下とする。

【0014】次に、請求項第4項に規制した溶融高Ni合金はアンバー材、パーマロイなど電子部品材料などに使用され、低熱膨脹特性や磁気特性が要求されるが、その合金元素の限定理由については、Siは脱酸剤として不可欠な元素であるが、多すぎると磁気特性を悪化させるため2.0%以下とする。Mnは脱酸元素として効果があるが、多すぎるとアトマイズ中に酸化されやすく金属粉末中の酸素含有量が高くなり、該金属粉末から製造した最終製品（以下、製品と総称する）の気孔発生、密度低下の問題が発生するため2.0%以下とする。



【0015】Niは熱膨張特性や磁気特性を大きく影響する重要な元素であるが、30.0%未満では高透磁率磁性合金として所要の磁気特性が得られず30.0%以上とする。OはSやSeと同様に、熔融金属の表面張力を大きく低下させる元素であり、多い方が良好であるが、多すぎると製品の気孔発生や密度低下の問題が発生するため0.005~0.10%とする。

【0016】上記化学成分に、Mo、Cu、Crの1種または2種以上を磁気特性など物理的特性向上成分として、必要に応じて添加することができる。Moは75.0~82.0%Ni-Fe合金において、Ni、Fe規則格子の生成を抑制し、直流透磁率を高める作用がある。しかし、多すぎると逆に該特性を低下させ、また高価なため10.0%以下とする。

【0017】Cuは75.0%~82.0%Ni-Fe合金の直流透磁率を低下させることなく、実効透磁率を高める作用がある。しかし、多すぎると逆に該特性を低下させるので10.0%以下とする。Crは電子部品用材として必要な特性であるガラス封着性を改善する元素として添加することができるが、多すぎると熱膨張特性を損なうため10.0%以下とする。

【0018】また、請求項第5項のFe-Si-Al合金(センダスト)は透磁率および磁束密度が高く、耐摩耗性軟磁性材料として優れた磁気特性を持つ。その合金成分限定理由としては、Siはその優れた磁気特性は、含有量9.6%をピークとして、3.0%未満および15.0%を超えると著しく低下するとともに、3.0%未満では耐食性に問題が起り、15.0%を超えると非常に脆くなり実用的でなくなるため、3.0%~15.0%とする。Alはその優れた磁気特性は、含有量6.0%をピークとして、2.0%未満および15.0%を超えると著しく低下するとともに、2.0%未満では耐摩耗性が十分でなく、15.0%を超えると非常に脆くなり実用的でなくなるため、2.0%~15.0%とする。

【0019】残部は主としてFeであるが、必要に応じて、耐食性、磁気特性、加工性、その他特性の改善のために、Cr、Nb、Mo、Cuの6%以下の1種または2種以上、およびMn:1.0%以下を添加することができる。また、熔融金属を取鍋から流出させ、アトマイズ法によって金属微粉末を製造する時に、流出ノズルが熔融金属中に懸濁するアルミナ介在物による閉塞を防止するためにCaを添加することができるが、Caを0.001~0.010%とした理由は0.001%未満ではその効果がなく、また0.010%を超えると酸化が激しくCaO系介在物が多く有害となるためである。

【0020】請求項第6項のNi-Al合金は、次世代エネルギーの燃料電池材料として注目されている。その合金成分限定理由については、Niは電池反応の触媒として使用されるので、純Niが好ましいが、電極構成体として、高温での強度も必要なため、Alなどの強化元素を含有させた合金とする。Alは高温強度を向上させる元素であり、十分な強度を得るために1.0%以上必要である。また、10.0%を超えると、触媒作用が低下するので10.0%を上限とする。

【0021】また、アトマイズによる金属粉末の製造時に、取鍋ノズルの閉塞を防止するためにCaを添加することができるが、Caを0.001~0.010%とした理由は0.001%未満ではその効果がなく、また0.010%を超えると酸化が激しくCaO系介在物が多く有害となるためである。かくして上記問題点が解決され、平均粒径10μm以下の製造歩留が50%以上と良好な優れた金属微粉末を安定して製造することが可能になった。

#### 【0022】

【実施例】次に本発明の実施例について説明する。表1に高周波大気溶解炉または30ton AOD炉を用いて溶製した取鍋下成分を示し、表2に1000kg/cm<sup>2</sup> 高圧水を用いた水アトマイズ法によって、該金属の液相線温度からの加熱度が50~150℃の溶湯温度から製造した金属粉末をエアーセパレーターによって分級し得られた平均粒径10μm以下の収率を示す。また表3はアトマイズ法によってできた該微粉末を、さらにアトライターボールミル粉碎装置によって薄片状にフレック化した結果を示す。表1において、実施例1~11は本発明例であり、実施例1~3は請求項3、実施例4~6は請求項4、実施例9は請求項5、実施例8は請求項6、実施例10は請求項7、実施例11は請求項9を示す。また比較例1、2は実施例1、2に対応、比較例3は実施例4に対応、比較例4は実施例5に対応、比較例5、6は実施例7、8に対応、比較例7は実施例9に対応、比較例8は実施例10に対応、比較例9は実施例11に対応する。

【0023】本発明法では従来法に比べ、平均粒径φ10μm以下の微細粉末の収率は高く、その後のアトライターによるミーリング処理後のフレックサイズも、より短時間処理でより微細となり、アスペクト比(粒径/厚み)が10~20のフレック状微粉末が得られ、効率の高いフレック加工が可能となり比表面積の大きい良好な製品が得られた。

#### 【0024】

【表1】

(5)

特開平10-102105

7							8							
鋼種	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Nb	Ti	Al	O	N
実施例 1	0.03	0.88	0.14	0.018	0.076	12.6	0.40	-	-	-	-	-	0.021	0.021
" 2	0.03	0.86	0.60	0.012	0.136	19.0	10.9	-	-	-	-	-	0.027	0.055
" 3	0.03	0.85	0.14	0.015	0.002	19.1	10.2	-	-	-	*1)	-	0.025	0.050
" 4	0.02	0.84	0.07	0.028	0.070	18.9	14.4	-	3.19	-	-	-	0.019	0.025
" 5	0.04	0.78	0.12	0.022	0.068	15.8	4.98	3.32	-	0.33	-	-	0.012	0.014
" 6	0.03	0.75	0.11	0.019	0.059	15.8	4.35	3.43	-	-	0.30	-	0.009	0.013
" 7	0.002	0.19	0.01	0.003	0.087	0.06	47.5	-	-	-	-	-	0.018	0.003
" 8	0.005	1.09	0.19	0.002	0.082	0.02	77.9	-	1.00	-	-	-	0.006	0.001
" 9	0.002	0.007	0.002	0.001	0.058	-	99.9	-	-	-	-	-	0.056	0.001
" 10	0.009	8.59	0.11	0.006	0.082	-	-	-	-	-	-	5.76	0.001	0.001
" 11	0.001	0.001	0.001	0.002	0.073	0.002	97.0	-	-	-	-	2.99	0.002	0.001
比較例 1	0.02	0.80	0.11	0.022	0.005	12.4	0.23	-	-	-	-	-	0.007	0.029
" 2	0.02	0.85	0.17	0.022	0.001	19.1	10.6	-	-	-	-	-	0.011	0.021
" 3	0.02	0.84	0.07	0.026	0.006	18.9	14.4	-	3.18	-	-	-	0.010	0.024
" 4	0.04	0.78	0.20	0.020	0.001	16.5	4.01	3.97	-	0.30	-	-	0.021	0.025
" 5	0.005	0.22	0.02	0.004	0.002	0.03	47.2	-	-	-	-	-	0.010	0.001
" 6	0.009	1.07	0.16	0.001	0.001	0.08	77.9	-	1.00	-	-	-	0.002	0.001
" 7	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	-	99.8	-	-	-	-	-	0.010	0.001
" 8	0.006	9.65	0.12	0.005	0.002	-	-	-	-	-	-	5.70	0.001	0.001
" 9	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	97.0	-	-	-	-	3.01	0.003	0.001

註\*1): S e 0.082%

【0025】

【表2】

	成分系	平均粒径 $\phi 10\mu\text{m}$ 収率
実施例 1	SUS410L	74%
実施例 2	SUS304L	83%
実施例 3	SUS304L	76%
実施例 4	SUS317L	73%
実施例 5	SUS630	77%
実施例 6	SUS630	74%
実施例 7	PCバ-マロイ	92%
実施例 8	PBバ-マロイ	88%
実施例 9	純Ni	86%
実施例 10	セングスト	75%
実施例 11	Ni-Al合金	80%
比較例 1	SUS410L	44%
比較例 2	SUS304L	45%
比較例 3	SUS317L	48%
比較例 4	SUS630	46%
比較例 5	PCバ-マロイ	54%
比較例 6	PBバ-マロイ	53%
比較例 7	純Ni	57%
比較例 8	セングスト	49%
比較例 9	Ni-Al合金	43%

	成分系	比表面積	処理時間(h)
実施例 1	SUS410L	2.98㎡/g	17
実施例 2	SUS304L	2.72㎡/g	16
実施例 4	SUS317L	2.54㎡/g	13
実施例 7	PCバマロイ	2.92㎡/g	15
実施例 10	センダスト	2.52㎡/g	11
比較例 1	SUS410L	2.25㎡/g	21
比較例 2	SUS304L	2.20㎡/g	22
比較例 3	SUS317L	2.15㎡/g	22
比較例 5	PCバマロイ	2.21㎡/g	20
比較例 8	センダスト	2.35㎡/g	17

【0027】

【発明の効果】 この発明に従って製造された金属微粉末

は、経済的に安定して平均粒径10μm以下の微粉末が得られるので、産業上に及ぼす効果は極めて大きい。

フロントページの続き

(72)発明者 田中 義徳  
 青森県八戸市河原木遠山新田(番地なし)  
 大太平洋金属株式会社八戸製造所内

(72)発明者 加藤 欽之  
 東京都千代田区大手町1-6-1 大太平洋  
 金属株式会社内